

На правах рукописи



ЗАЙЦЕВ Дмитрий Викторович

**ФИЗИЧЕСКИЕ МЕХАНИЗМЫ РЕЛАКСАЦИИ НАПРЯЖЕНИЙ
В ПРИРОДНЫХ МАТЕРИАЛАХ С ИЕРАРХИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ**

Специальность 01.04.07 – « Физика конденсированного состояния»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2011

Работа выполнена на кафедре физики конденсированного состояния
в ГОУ ВПО “Уральский государственный университет им. А.М. Горького”

Научный руководитель: д.ф-м.н., ст.н.с. Панфилов Петр Евгеньевич

Официальные оппоненты: д.ф-м.н., ст.н.с. Плехов Олег Анатольевич

к.ф-м.н., ст.н.с. Пилюгин Виталий Прокофьевич

Ведущая организация: Институт физической химии РАН (г. Москва)

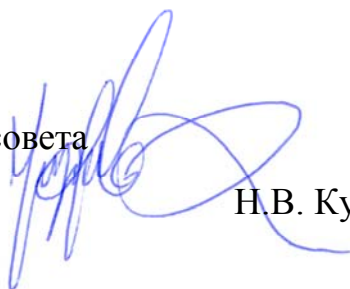
Защита состоится 10 ноября 2011 г. в 15-00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.286.01 при ГОУ ВПО “Уральский государственный университет им. А.М. Горького” (УрГУ им. А.М. Горького), УрГУ 12.05.2011 реорганизован в форме присоединения к ФГАОУ ВПО “Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина”, по адресу: 620000, Екатеринбург, пр. Ленина, 51, комн. 248.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке ФГАОУ ВПО “Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина”.

Автореферат разослан « » 2011 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

д.ф-м.н., ст.н.с.



Н.В. Кудреватых

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Хорошо известно, что природные материалы, такие как кости и зубы, являющиеся иерархическими композитами, состоящие из неорганических и органических соединений, обладают высокими прочностными свойствами. Удивительно, но природа создала их из хрупких как школьный мел минералов и мягких и эластичных как кожа протеинов. Понимание взаимосвязи между деформационным поведением и микроструктурой таких природных композитов открывает возможность создания нового класса конструкционных материалов с уникальным сочетанием прочностных свойств. Действительно в настоящее время одним из направлений создания материалов с заданными прочностными свойствами является копирование биологических тканей. В подобного рода работах используется традиционный для физического материаловедения подход - изучение структуры и прочностных свойств материалов на разных масштабных уровнях.

Твердые ткани зубов обладают сложным строением и уникальным сочетанием механических свойств, что позволяет им в течение длительного времени выдерживать воздействие механических нагрузок и агрессивной среды полости рта. Естественно, что исследование микроструктуры и прочностных свойств дентина и эмали представляет интерес и для медицинских наук. Дентин – это твердая основа зуба, коронковая часть которого покрыта самой твердой тканью человеческого организма – эмалью, а корневая – цементом. В центральной части зуба находится пульповая камера, где располагаются мягкие ткани (нервы и кровеносные сосуды), которые выходят через вершину зуба, обеспечивая обмен веществ с организмом. Дентин от пульповой камеры до границ с эмалью и цементом пронизан концентрическими каналами, по которым циркулирует биологически активная дентинная жидкость. Диаметр каналов порядка 5мкм, а расстояние между соседними около 10мкм. Основу дентинной матрицы составляют кристаллы апатитов кальция размером порядка 50нм (50 % от объема) и органические волокна коллагена диаметром 50÷100нм (30% от объема), ориентированные случайным образом в плоскостях перпендикулярной дентинным каналам. По своей микроструктуре эмаль близка к дентину: она состоит из

эмалевых призм концентрического сечения диаметром 8мкм, но содержит меньше органики. В процессе жизнедеятельности человеческие зубы работают преимущественно на сжатие и истирание. Обычно уровень напряжений, возникающих в зубах в процессе пережевывания пищи, не превышает 30МПа, хотя жевательный аппарат, в случае необходимости, способен развить усилия достаточные для перекусывания отожженной стальной проволоки. Поэтому одноосное сжатие и точечное нагружение следует рассматривать как наиболее простые и при этом наиболее приближенные к реальным условиям схемы деформации.

Несмотря на большую практическую значимость проблемы прочности дентина и эмали при сжатии, работ, посвященных этой теме не так много, хотя систематические исследования ведутся с конца XIX века. Изучение механических свойств дентина и эмали при сжатии, показало, что они являются прочными ($\sigma_B \sim 250 \div 350 \text{ МПа}$), практически недеформируемыми ($\sim 3\%$) твердыми тканями. При этом хорошо известно, что твердая основа костей, близкая к эмали и дентину по минеральному составу, является высокоупругой и пластичной твердой тканью, способной выдерживать значительные механические нагрузки. Тогда как при таких схемах деформации как точечное нагружение, дентин и эмаль показали себя как высокоупругие и, одновременно, пластичные среды. На столь необычное сочетание механических свойств, указывает и механизм разрушения дентина и эмали, где рост магистральной трещины происходит за счет зарождения и слияния сателлитных трещин перед ее вершиной. Подобный механизм роста трещин характерен для пластичных металлов, но не для таких “хрупких” материалов как дентин и эмаль. Такое поведение объясняется образованием мостов между краями трещин из упругих и прочных коллагеновых волокон, которые не разрушаются при прохождении трещины через хрупкий дентин. Предполагается, что перед вершиной магистральной трещины должна располагаться пластическая зона, однако экспериментального подтверждения ее существования получено не было.

Цель диссертации: уточнить физические механизмы релаксации напряжений в дентине и эмали (являются ли они хрупкими недеформируемыми тканями или они способны к значительной вязкоупругой деформации?), для чего необходимо провести

детальное изучение механического поведения этих твердых тканей и аттестовать их микроструктуру на разных масштабных уровнях.

Научная новизна:

1. Показано, что при одноосном сжатии дентин является высокоупругой и, одновременно, пластичной прочной твердой тканью с ярко выраженным размерным эффектом, при этом присутствие трещин в образцах не меняет характера их деформационного поведения.
2. Показано, что при одноосном сжатии эмаль способна выдерживать значительные упругие деформации при сопоставимой с дентином прочности.
3. Установлено, что появление сателлитов (порообразных трещин) перед вершиной магистральной трещины в дентине и эмали обусловлено локализованным накоплением деформации в пластической зоне подобно тому, как это происходит в металлах.

Практическая значимость.

1. Разработанная методика металлографической аттестации (в проходящем свете) микроструктуры образцов твердых тканей человеческих зубов может быть использована при исследовании других твердых тканей живых организмов, например, кортикальных костей.
2. Разработанная методика приготовления тонких фольг из дентина для просвечивающего электронного микроскопа, позволяет изучать микроструктуру дентина из разных областей зубов, что открывает перспективы использования данного метода при изучении зубных патологий различной природы.
3. Разработанная методика приготовления малогабаритных образцов для механических испытаний дентина и эмали на сжатие, позволяет проводить исследования их прочностных свойств с высокой степенью достоверности, а полученные с ее помощью механические характеристики позволяют сравнивать свойства здоровой и патологической тканей.

4. Показано, что использование моделей механики вязкоупругого разрушения для описания прочностных свойств дентина и эмали возможно только в случае, когда макроскопическая деформация образца будет малой ($\sim 1\%$), например, в случае усталостного нагружения.

На защиту выносятся:

1. Положение о том, что дентин, является высоко упругой и одновременно пластичной прочной твердой тканью. С уменьшением отношения "диагональ-высота" упругость, пластичность и прочность снижаются, а при увеличении увеличиваются. При постоянном отношении, разница в линейных размерах образцов не сказывается на их механических свойствах.
2. Положение о том, что эмаль, способна выдерживать значительную упругую деформацию, но более низкую пластическую деформацию при сопоставимой с дентином прочности.
3. Положение о том, что рост магистральной трещины в дентине и эмали происходит за счет слияния с порообразными трещинами, зарождающимися в пластической зоне перед вершиной, в которой наблюдается интенсивная пластическая деформация.

Апробация результатов работы. Результаты диссертационной работы обсуждались на следующих Международных и Всероссийских конференциях и семинарах: X и XI Молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния вещества, Екатеринбург, 2009 и 2010; V и VI Российской конференции «Механика микронеоднородных материалов и разрушение», Екатеринбург, 2008 и 2010; IV и V Всероссийской научно-технической конференции «Ресурс и диагностика материалов и конструкций», Екатеринбург, 2009 и 2011; XVII Международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов», Самара, 2009; III Международная конференция по механике биоматериалов и тканей (III International Conference on Mechanics of Biomaterials and Tissues), Флорида, США, 2009; VII Семинаре СО РАН – УрО РАН «Термодинамика и материаловедение», Новосибирск, 2010; V Международной конференции «Микромеханизмы

пластичности, разрушения и сопутствующих явлений», Тамбов, 2010; VI Международной конференции по микроструктуре и микромеханизмам разрушения (6th International Conference on Materials Structure and Micromechanics of Fracture), Брно, Чехия, 2010; VI Международной конференции «Прочность и разрушение материалов и конструкций», Оренбург, 2010; XVII Зимней школы по механике сплошных сред, Пермь, 2011.

Публикации. Основное содержание работы опубликовано в 8 статьях, в том числе в 3 статьях в журналах, рекомендованных ВАК РФ.

Объем и структура диссертации.

Диссертация состоит из списка обозначений и сокращений, введения, литературного обзора, методики эксперимента, постановки задачи, трех частей, обсуждения, основных выводов и списка цитируемой литературы, включающего 136 наименований. Содержание диссертации изложено на 108 страницах, включая 61 рисунок и 9 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

ВВЕДЕНИЕ

Во введении обосновывается актуальность темы, выбор модельного материала, дается аннотация диссертации с выносимыми на защиту положениями, а также приводятся сведения об ее апробации.

1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

В литературном обзоре на основе рассмотрения отечественных и зарубежных литературных источников проведен анализ результатов о микроструктуре и прочностных свойствах дентина, эмали и их соединения, и проблем, связанных с их изучением.

Дентин может рассматриваться, как композит со сложной иерархической структурой, состоящий из ориентированных трубок (диаметр 3-5мкм), по которым циркулирует дентинная жидкость, окруженных высоко минерализованным околотрубочковым дентином, вставленных в межтрубочковую матрицу, состоящую

преимущественно из коллагеновых волокон и кристаллов апатита кальция. По своей структуре эмаль близка к дентину, она также пронизана эмалевыми призмами (диаметр $\sim 5\mu\text{м}$), которые можно рассматривать как армирующие элементы. Только в отличие от дентина в эмали практически отсутствует межканальцевое вещество (призмы упакованы более плотно) и она более минерализована. По результатам испытания на одноосное сжатие, было получено, что дентин и эмаль являются прочными ($\sigma_B \sim 250\div 350\text{МПа}$) и практически не деформируемыми ($\varepsilon \sim 2\%$) твердыми тканями. Тогда как при точечном нагружении они ведут себя как высокоупругие ткани, способные эффективно подавлять зарождение трещин и восстанавливать свои исходные размеры после разгрузки. Механизм роста трещин в дентине и эмали оказался близким к разрушению пластичных металлов. Перед затупленной вершиной основной трещины, располагаются сателлитные трещины, объединение с которыми, ведет к увеличению длины основной трещины. Подобный механизм подразумевает, что материалы должны быть достаточно пластичными, и что перед вершиной магистральной трещины располагается пластическая зона, однако экспериментального подтверждения ее существования получено не было.

По результатам выполненного обзора были сформулированы задачи диссертационного исследования

2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Микроструктура исходных и деформированных твердых тканей изучалась методами оптической (металлографический микроскоп МИМ-8М (на отражение) и биологический микроскоп МБИ-6 (на просвет)) и электронной микроскопии (сканирующий микроскоп JEOL JSM-6490 (на отражение) и просвечивающий микроскоп JEM-200CX (на просвет)). Механические испытания проводились на разрывной машине Shimadzu AG-X 50kN и микротвердомере PMT-3 (микроиндентирование по Виккерсу).

3. АТТЕСТАЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ДЕНТИНА И ЭМАЛИ

Металлографическая аттестация образцов дентина показала, что микроструктура образцов в недеформированном состоянии соответствует

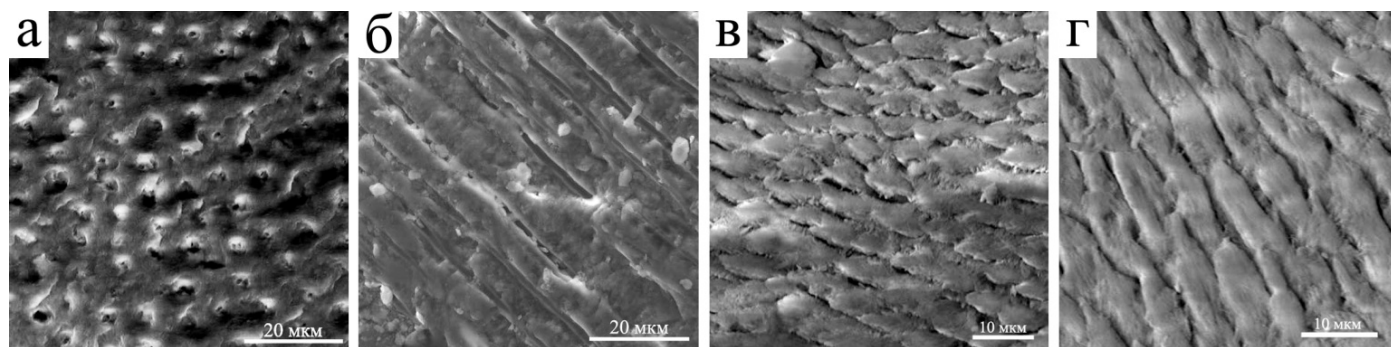


Рисунок 1. Микроструктура дентина (а и б) и эмали (в и г), СЭМ: а – дентинные каналы ориентированы перпендикулярно рабочей поверхности образца; б – дентинные каналы ориентированы параллельно рабочей поверхности образца; в – эмалевые призмы ориентированы перпендикулярно рабочей поверхности образца; г – эмалевые призмы ориентированы параллельно рабочей поверхности образца.

микроструктуре нормального человеческого дентина. Образцы равномерно пронизаны прямыми дентинными каналами диаметром $3 \div 5 \mu\text{м}$, располагающимися друг от друга на расстоянии порядка $10 \mu\text{м}$ (рисунок 1а, б). Причем диаметр каналов, ориентировка относительно рабочей поверхности образца и плотность их распределения менялась, и зависела от места в зубе. В отличие от дентинных каналов, эмалевые призмы не прямыми, хотя соседние призмы всегда расположены параллельно друг другу. Также они плотно прилегают друг к другу и имеют диаметр $\sim 8 \mu\text{м}$ (рисунок 1а, б). По своей длине они могут волнообразно изгибаться,

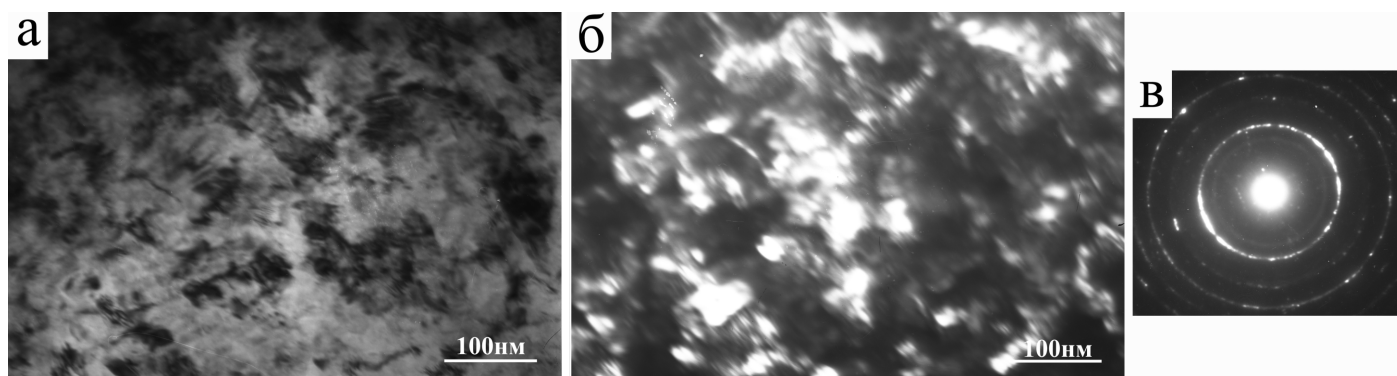


Рисунок 2. Микроструктура дентина, ПЭМ: а – светлое поле; б – электронограмма; в – темное поле.

придерживаясь выбранного направления (примерно по нормали к ДЭС и внешней границе эмали). ПЭМ исследование микроструктуры при больших увеличениях ($\geq \times 100\ 000$) показало, что дентин представляет собой поликристаллический агрегат, состоящий из ультрамелкодисперстных кристаллитов с размером порядка $10\div 50\text{ нм}$ (рисунок 2). Металлографическое исследование дентиноэмалевого соединения (ДЭС) показало, что граница четко выявляется в поле зрения микроскопа. По мере приближения к ней со стороны дентина, наблюдается снижение плотности дентинных каналов вплоть до их полного исчезновения на расстоянии порядка $\sim 30\text{ мкм}$ от ДЭС. Тогда как эмалевые призмы начинаются практически на самой границе. Поры и иные дефекты на ДЭС не наблюдаются. На основании полученных данных можно оценить ширину границы между эмалью и дентином, которая оказалась порядка 30 мкм .

4. ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ ДЕНТИНА И ЭМАЛИ

Испытание на сжатие было проведено на 20 образцах дентина с размерами $2\times 2\times 0.65\text{ мм}^3$. Для детальной аттестации механического поведения металлов и керамик такого количества образцов недостаточно. Однако для человеческого дентина, приготовление образцов из которого сопряжено с этическими проблемами и значительными техническими трудностями, такое количество следует считать достаточным. Испытания на сжатие останавливали, когда на деформационной кривой появлялся перелом. При испытаниях зависимости механических свойств дентина от ориентировки дентинных каналов в образцах обнаружено не было, а деформационные кривые коронкового дентина не отличались от корневого. Поэтому механическое поведение дентина при одноосном сжатии может быть охарактеризовано типичной деформационной кривой образцов из основной группы (рисунок 3 кривая 1). Металлографическое изучение образцов до и после сжатия, показало, что после испытаний на их поверхностях появлялись трещины (рисунок 4а, б). Следовательно, зарождение и рост трещин можно рассматривать, как основную причину появления перелома на деформационной кривой. Несмотря на появление трещин в образце после испытания, его распада на части не происходило. По наклону линейной части кривой, был вычислен модуль Юнга ($E=4,02\pm 0,24\text{ ГПа}$) и предел пропорциональности ($\sigma_{\text{пц}}=386\pm 21\text{ МПа}$ при $\varepsilon_{\text{пц}}=11,6\pm 1,0\%$). Полная деформация образцов дентина была

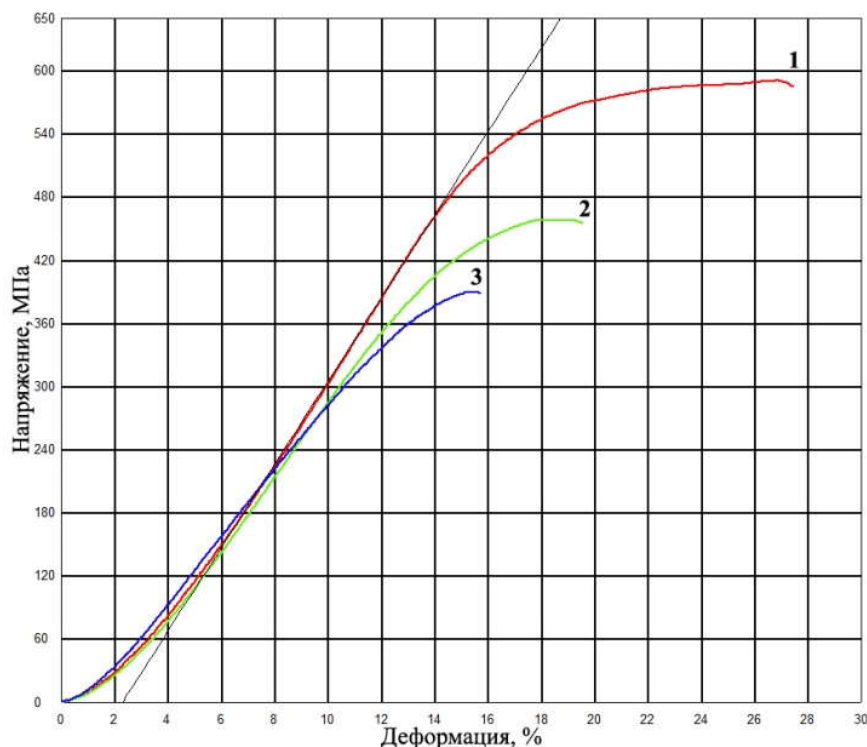


Рисунок 3. Деформационные кривые сжатия образца дентина: 1 – первое сжатие; 2 – второе сжатие; 3 - третье сжатие.

$\varepsilon=27,5\pm2,2\%$, предел прочности или максимальное напряжение при испытании $\sigma_{\text{в}}=582\pm27\text{МПа}$ и деформация на нелинейном участке (от $\sigma_{\text{пл}}$ до $\sigma_{\text{в}}$) составила $\varepsilon_{\text{нелин}}=15,9\pm2,5\%$. Измерение линейных размеров образцов до и после испытания, показало, что величина необратимой деформации дентина при сжатии составляет $\varepsilon_{\text{пласт}}=13,2\pm1,9\%$ и следовательно, на обратимую деформацию приходится линейных размеров образцов, после 24 часов, показало, что величина необратимой деформации не изменяется со временем. Следовательно, релаксация запасенной упругой деформации происходит, сразу после снятия нагрузки. Поэтому, можно заключить, что деформация на линейном участке кривой, является упругой (протяженность, $11,6\pm1,0\%$), тогда как на последующем, как упругой, так и пластической или вязкоупругой (протяженность, $15,9\pm2,5\%$). Исходя из величины $\varepsilon_{\text{упр}}=14,2\pm1,0\%$. При последующем измерении упругой деформации, для образцов дентина из основной группы, по деформационным кривым был рассчитан предел упругости $\sigma_{\text{упр}}=442\pm33\text{МПа}$. Поскольку после первого испытания все образцы оставались целыми, все они были продеформированы на сжатие еще раз. Результаты повторного

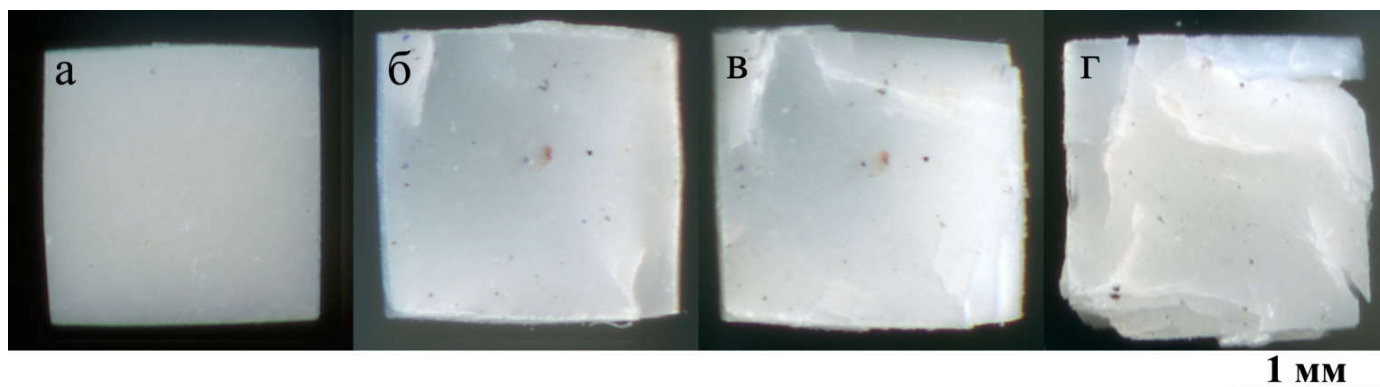


Рисунок 4. Рабочая поверхность образца дентина: а – в исходном состоянии; б – после первого сжатия; в – после второго сжатия; г - после третьего сжатия.

испытания того же образца показаны на рисунке 3 (кривая 2). Повторное испытание также останавливали, после появления на деформационной кривой перелома. Распада на части образцов дентина после второго испытания также не происходило, тогда как количество и длина трещин на их поверхностях (рисунок 4в). Форма типичной кривой для второго сжатия была подобна кривой для первого сжатия (рисунок 3, кривая 2). Ход кривой на первом и втором участке, совпадал с кривой при первом сжатии, тогда как на третьем участке, он был другим. Максимальное напряжение (438 ± 22 МПа) и полная деформация ($19,0 \pm 0,8\%$) для второго сжатия было ниже, чем для кривой 1. Третье сжатие продолжило тенденцию, описанную выше для второго сжатия (рисунок 30, кривая 3). После третьего испытания, также не происходило распада образцов дентина на части, а количество и длина трещин на поверхности, снова возросло (рисунок 4г). Некоторые механические величины, полученные в результате сжатия 20 образцов дентина, приведены в Таблице 1. Видно, что модуль

Таблица 1 Механические характеристики образцов дентина из основной группы для трех сжатий.

	Е, ГПа	$\sigma_{\text{пц}}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\epsilon_{\text{упр}}$, %	$\epsilon_{\text{пласт}}$, %	$\epsilon_{\text{пц}}$, %	ϵ , %
Первое сжатие	$4,02 \pm 0,24$	386 ± 21	582 ± 27	$14,2 \pm 1,0$	$13,2 \pm 1,9$	$11,6 \pm 1,0$	$27,5 \pm 2,2$
Второе сжатие	$3,21 \pm 0,22$	298 ± 21	438 ± 22	$14,7 \pm 1,0$	$4,3 \pm 0,7$	$11,0 \pm 0,6$	$19,0 \pm 0,8$
Третье сжатие	$3,04 \pm 0,27$	249 ± 18	365 ± 27	$13,9 \pm 1,2$	$2,4 \pm 0,9$	$9,8 \pm 0,6$	$16,3 \pm 0,6$

Юнга, предел пропорциональности и предел прочности уменьшаются после каждого испытания. Величина упругой деформации остается постоянной, тогда как пластическая резко уменьшается после первого сжатия. Поэтому полная деформация образцов дентина, также резко уменьшается после первого сжатия и продолжает уменьшаться после следующего испытания. Если испытания образца дентина не останавливать при появлении перегиба (возникновения трещины) на деформационной

Таблица 2 Значение механических величин для образцов с различным отношением d/h

d/h	E , ГПа	$\sigma_{\text{пл}}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\epsilon_{\text{упр}}$, %	$\epsilon_{\text{пласт}}$, %	ϵ , %
9.8	2.14	397	815	39.9	16.1	56
8.0	2.65	459	792	28.1	17.9	46
6.3	3.13	357	740	23.9	14.1	38
4.9	3.43	354	626	18.2	13.8	32
3.6	3.95	347	569	14.3	11.7	26
2.7	4.31	361	510	10.7	11.3	22
1.9	5.59	326	425	6.7	4.3	11
1.4	9.09	282	396	2.3	3.7	6
0.6	10.65	191	343	2.0	2.9	4.9
0.4	11.28	157	331	1.5	1.9	3.4

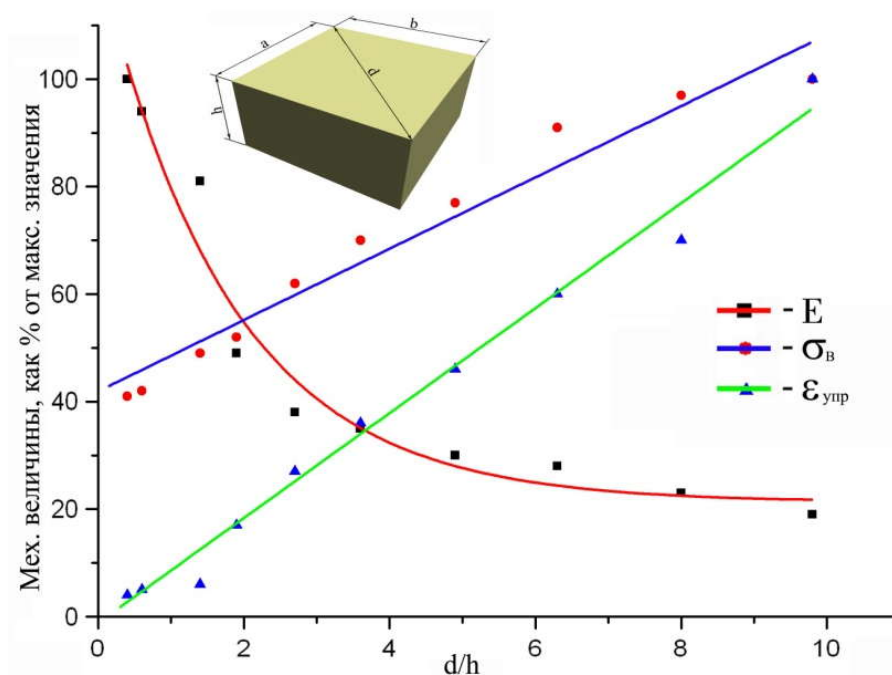


Рисунок 5. Зависимость механических величин, как процент от максимальной величины, для образцов с различным отношением d/h .

кривой, то она после достижения максимального значения напряжения, имеет ломаный профиль и идет вниз. Образцы начинают распадаться на части, когда деформация достигала 50%. Несмотря на это, в образце продолжали существовать большое количество стабильных трещин.

Механические свойства образцов дентина с постоянным соотношением $d/h=3,5$ и размерами граней от 4мм до 1мм были подобными. Наблюдается небольшое увеличение значения модуля Юнга с уменьшением размера образца, тогда как остальные механические характеристики остаются постоянными. Изменение модуля Юнга возможно связано с наличием в образцах зерен с различной минерализацией (неоднородностей в образце), количество которых увеличивается в больших образцах. Что приводит к снижению жесткости образца. Механические свойства образцов с d/h отношением от 0,4 до 10 приведены в Таблице 2. Деформационное поведение, не отличалось, для данной группы образцов от основной группы. Но характеристики этого поведения зависели от d/h соотношения. Видно, что максимальные величины полной деформации и предела прочности и минимальные модуля Юнга у образца, имеющего d/h соотношение 9,8 и, наоборот, у образца с соотношением 0,4. Зависимость “предел прочности - d/h соотношение” и “упругая деформация - d/h соотношение” может быть аппроксимированна прямой линией, тогда как зависимость “модуль Юнга - d/h соотношение” нелинейная (рисунок 5). Следовательно, механические свойства образцов дентина зависят от d/h соотношения.

Изучение механических свойств образцов дентина показало, что скорость влияет только на модуль Юнга, тогда как другие механические характеристики остаются неизменными. Модуль Юнга возрастал от 3,8ГПа при 0,001мм/мин до 4,7ГПа при 1мм/мин, далее он оставался постоянным и не зависел от скорости. Также была исследована способность дентина, выдерживать постоянные механические нагрузки в режиме испытания на долговременную прочность. Диапазон прикладываемых нагрузок был от 200МПа до 550МПа. При нагрузке порядка σ_b образец разрушался сразу же после начала испытания, тогда как в остальных случаях деформационное поведение образцов было подобным. Такой ход кривых характерен для вязкоупругих материалов, когда деформация возрастает, в то время как

напряжения остаются постоянными. Металлографическая аттестация образцов после испытаний, показала, что на их рабочих поверхностях трещины не появляются. Величина деформации, возникшая непосредственно при удержании постоянной нагрузки (ϵ_t) зависела от приложенных напряжений и изменялась от 1% при 200МПа до 8% при 450МПа. Величина деформации является незначительной до 300МПа ($<2\%$). Она начинает расти в области предела пропорциональности ($\sigma_{\text{пц}}=386\pm 21\text{МПа}$) и достигает 8%, в области предела упругости. После чего укол наклона снижается до значений угла наклона на первом участке. Измерение линейных размеров образца до и после испытания показало, что ϵ_t является полностью необратимой.

Микроиндентирование по Виккерсу показало, что результаты испытаний образцов дентина зависят от того, насколько заполнены дентинные каналы. Если алмазную пирамидку внедрять в механически полированный образец, у которого каналы в поверхностном слое забиты остатками твердой ткани и абразива, то на поверхности остаются четкие глубокие отпечатки с хорошо видимыми диагоналями, на краях которых нет радиальных трещин (рисунок 6а). Микротвердость дентина в этом случае порядка 1000МПа. После выдержки отшлифованных образцов в ортофосфорной кислоте, когда дентинные каналы были прочищены, отпечатки

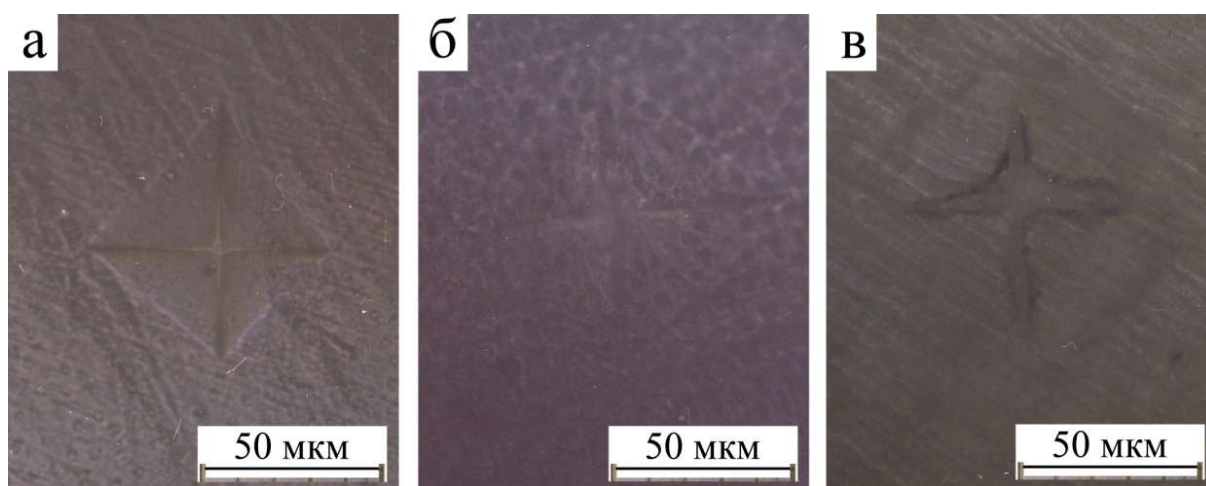


Рисунок 6 Микрофотографии отпечатка индентора в дентине ($m=200$ г): а – образец после механической полировки, когда каналы заполнены; б – образец после травления, когда каналы прочищены, каналы ориентированы перпендикулярно рабочей поверхности образца; в – образец после травления, когда каналы прочищены, каналы ориентированы параллельно рабочей поверхности образца.

становились размытыми, их глубина уменьшалась, а диагонали становились нечеткими, хотя их длина не изменилась по сравнению с предыдущим случаем (рисунок 6б). В случае, когда дентинные каналы ориентированы параллельно рабочей поверхности образца, диагонали отпечатка также были размыты (рисунок 6в). Длина диагоналей, как при перпендикулярной, так и при параллельной ориентировке дентинных каналов относительно поверхности образца были одинаковы. Радиальных трещин у отпечатков не наблюдали. Следовательно, можно заключить, что поведение дентина на внедрение алмазной пирамидки не зависит от ориентировки дентинных каналов, а дентинная матрица после снятия нагрузки практически полностью восстанавливает свои исходные размеры.

Испытание на одноосное сжатие эмали было проведено на 10 образцах с размерами $\sim 2 \times 2 \times 0,65 \text{ мм}^3$ и отношением $d/h = 4,3$. Испытания прекращали, когда на кривой наблюдался перелом (резкое снижение напряжения) (рисунок 7). Металлографическая аттестация показала, что эмалевые призмы были расположены в образцах сложным образом. Изгибаясь по длине образца, они были во всех случаях ориентированы примерно под углом 45° к плоскости сжатия. Малое количество эмали в зубе не позволило изготовить и изучить механическое поведение образцов эмали с

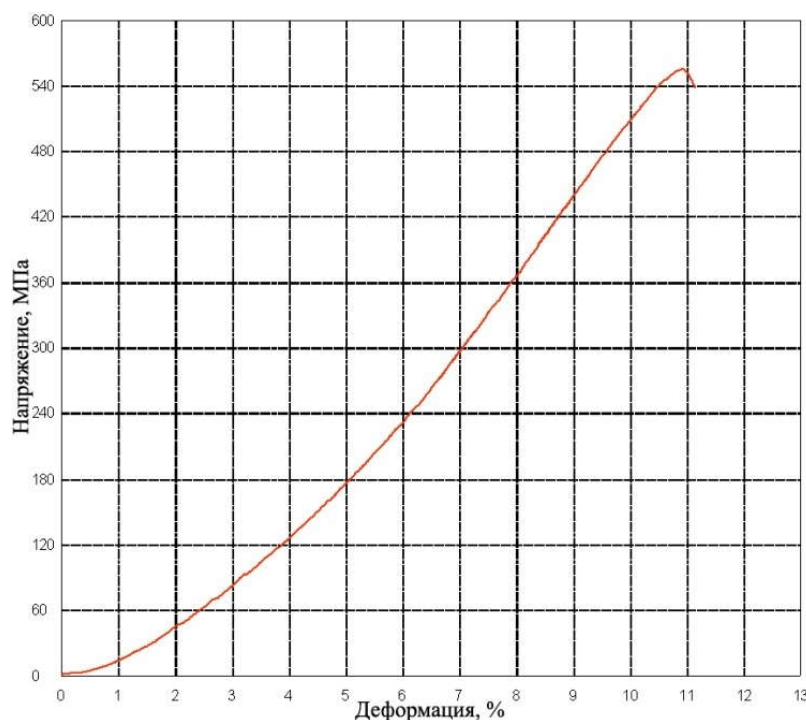


Рисунок 7. Деформационная кривая при сжатии образцов эмали

Таблица 3 Значение механических величин при сжатии образцов содержащих ДЭС, дентина и системы эмаль + дентин

	Е, ГПа	$\sigma_{\text{пл}}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\epsilon_{\text{упр}}$, %	$\epsilon_{\text{пласт}}$, %	ϵ , %
Дентин	5,46±0,35	319±23	406±25	7,0±0,7	4,7±1,5	11,7±2,0
ДЭС	5.31±0.48	287±61	428±12	6.6±2.0	3.6±1.0	9.9±1.7
эмаль	6.87±0.90	298±21	379±41	6.6±0.9	0.0±0.5	6.6±0.9
дентин				4.6±0.6	1.6±0.5	

другими ориентировками эмалевых призм. Металлографическая аттестация образцов эмали до и после сжатия показала, что после испытания они содержали большое количество трещин, но, несмотря на это распада образцов на части, как правило, не происходило, хотя в некоторых случаях от них отделялись довольно крупные фрагменты. В отличие от дентина, на кривой для эмали отсутствует линейный участок. Поэтому для эмали был рассчитан предел прочности, соответствующий максимальному напряжению в процессе испытания, $\sigma_{\text{в}}=538\pm87\text{МПа}$ и полная деформация $\epsilon=11,2\pm1,0\%$. По наклону касательной к верхней части кривой, был рассчитан тангенс ($6,80\pm1,38\text{ГПа}$), для проведения сравнения с дентином и результатами, полученными предыдущими исследователями. Измерение линейных размеров образцов до и после испытания, показало, что величина необратимой деформации дентина при сжатии составляет $\epsilon_{\text{пласт}}=3,5\pm1,9\%$ и следовательно, на обратимую деформацию приходится $\epsilon_{\text{упр}}=7,7\pm2,0\%$. Следовательно можно сделать вывод, что образцы из эмали могут деформироваться, как упруго, так и в режиме пластической деформации. По величине упругой деформации был рассчитан предел упругости $\sigma_{\text{упр}}=362\pm63\text{МПа}$. В процессе удержания постоянной нагрузки образцы деформировались в режиме ползучести. Величина деформации под действием постоянной нагрузки (ϵ_t), возрастала с увеличением нагрузки, но ее значение было незначительным ($<1\%$) для всего диапазона прикладываемых нагрузок.

Механические характеристики при сжатии образцов содержащих ДЭС, дентина и системы “эмаль+дентин”, приведены в Таблице 3. Видно, что образцы, содержащие ДЭС, являются более деформируемы по сравнению с системой “эмаль+дентин”, хотя прочность этих двух групп образцов одинакова. Большая деформируемость образцов

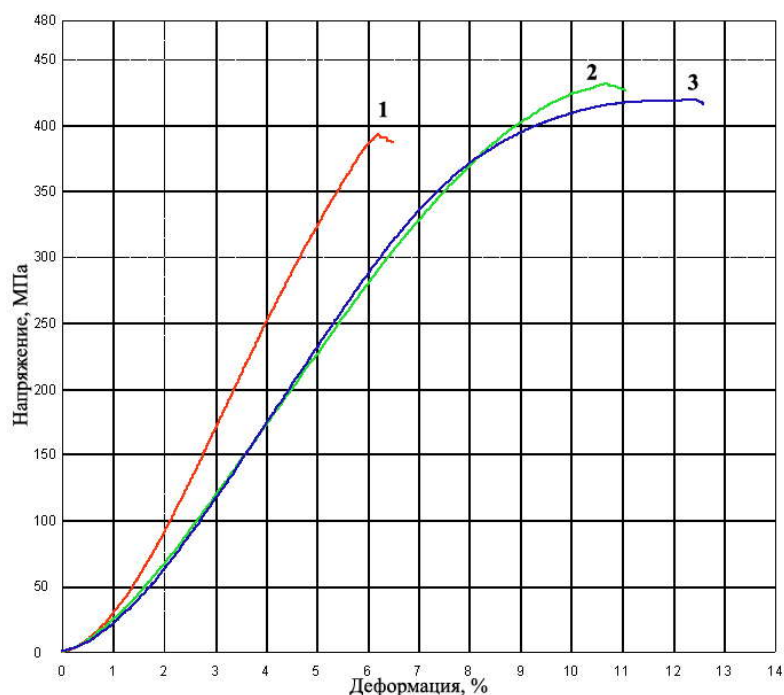


Рисунок 8 Деформационные кривые: кривая 1 – системы “эмаль+дентин”; кривая 2 – образца содержащего ДЭС; кривая 3 – дентина.

содержащих ДЭС обуславливается, только пластической деформацией, при этом величины упругой деформации у них совпадают. Измерение величины пластической деформации при сжатии системы “эмаль+дентин” у образцов дентина и эмали, показало, что эмаль деформируется только в режиме упругости, а дентин, как упруго, так и пластично. Типичные деформационные кривые для этих групп образцов приведено на рисунке 8. Видно, что кривые для образцов дентина и образцов, содержащих ДЭС, совпадают. Такое необычное поведение, скорее всего связано с деформацией в области ДЭС, обладающего специфическим строением. Что позволяет зубу обладать свойствами дентина, но при этом быть сверху покрытой износостойкой эмалью.

5. РАЗРУШЕНИЕ ДЕНТИНА И ЭМАЛИ

Трещины в массивных образцах дентина по своей форме близки к клину, края у них неровные, а угол при вершине ~100°. Анализ характера распространения трещин позволяет сделать вывод, что направление роста трещины определяется только геометрией внешних напряжений и не зависит от ориентировки дентинных каналов в образце. Иногда перед вершиной трещины можно видеть более мелкие трещины,

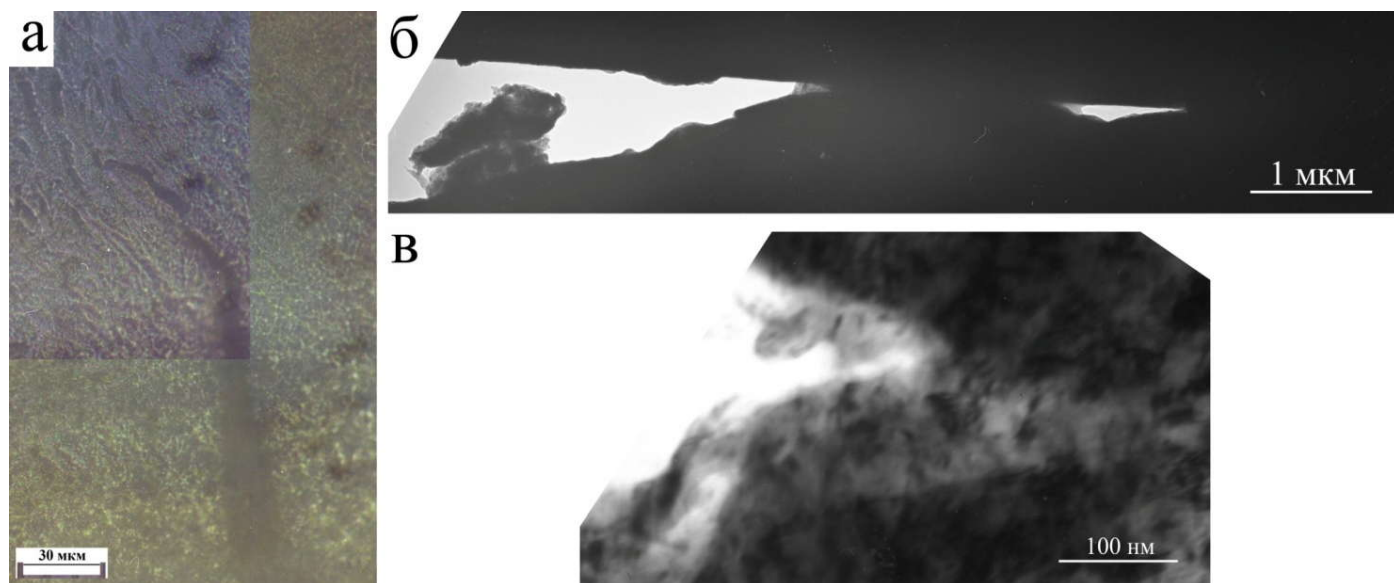


Рисунок 9. Вершины трещин в дентине: а – увеличение $\times 500$, массивный образец; б – увеличение $\times 10.000$, тонкий образец; в – увеличение $\times 100.000$, тонкий образец.

напоминающие поры (рисунок 9а), которые можно назвать сателлитами. Сателлитные трещины также обладают сложным профилем и большим углом при вершине ($\sim 100^\circ$). Для сравнения, трещина в хрупком материале имеет форму иглы с углом при вершине $\sim 100^\circ$. Поэтому, можно предположить, что магистральная трещина развивается за счет объединения с сателлитными и как следствие обладает сложным профилем. Такая геометрия трещины характерна для тугоплавкого ГЦК-металла иридия, который разрушается сколом после значительной пластической деформации. Как и в случае массивных образцов, траектория трещины в тонких образцах не зависела от ориентировки дентинных каналов. Форма вершины близка к эллипсу. В верхней части трещины, между краями, наблюдаются участки не разрушенного межтрубчатого дентина, ориентировка которых совпадает с ориентировкой дентинных каналов. Узкая темная полоска располагается передвершиной основной трещины, ее длина и ширина $\sim 0,15\text{ мм}$ и $\sim 10\text{ мкм}$, соответственно. Поскольку полоса лежит на траектории трещины, ее можно рассматривать, как наиболее вероятное место роста магистральной трещины. Причиной потемнения может быть изменение условий прохождения света через материал, вызванное действием расклинивающих напряжений. В этой полоске, вблизи вершины трещины, располагаются порообразные / сателлитные трещины. Изучение трещин в дентине в ПЭМ при увеличениях порядка $\times 10\,000$ показало, что угол раскрытия основной трещины всегда был не меньше 10° , а

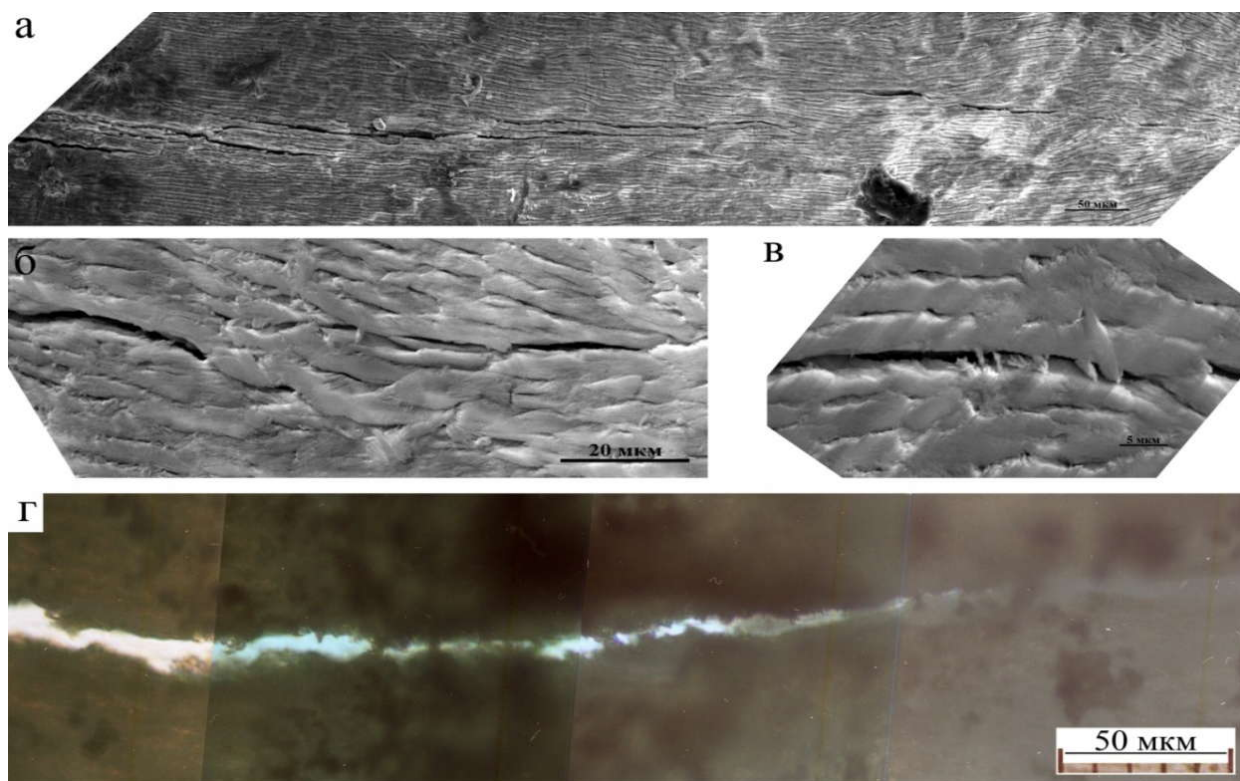


Рисунок 10. Вершина трещины в эмали: а – увеличение x500, массивный образец; б – увеличение x10.000, тонкий образец; в – увеличение x100.000; г – тонкий образец.

перед ее вершиной происходит утонение материала и образование сателлитных трещин (рисунок 9б). Исследование области вершины при больших увеличениях (x100 000) подтвердило, что края основной и сателлитных трещин неровные, их вершины затуплены, а впереди них происходит интенсивное утонение дентинной матрицы, так как изменяется прозрачность материала (рисунок 9в). Следовательно, можно считать, что темная полоса перед магистральной трещиной при наблюдении в оптический микроскоп в режиме "на просвет" возникает из-за изменения условий прохождения света при интенсивной необратимой деформации / утонении дентина в пластической зоне. СЭМ изображения трещины распространяющейся в объемном образце эмали, приведена на рисунке 10а. Трещина растет вдоль эмалевых призм за счет объединения с сателлитными трещинами. При больших увеличениях четко видны первичные мосты между краями трещины, которые образуются в областях переплетения эмалевых призм за счет перехода трещины с одной стороны призмы на другую (рисунок 10б). Между краями трещины, также образуются вторичные мосты, толщиной $\sim 0,5 \mu\text{м}$ (рисунок 10в). Ни каких признаков утонения материала

обнаружено не было. Вершина трещины в тонком образце эмали затуплена, а перед ней наблюдается узкая светлая полоска, лежащая на ее траектории предполагаемого роста (рисунок 10г). Появление полоски, может быть связано с изменением условий прохождения света через образец. Ее длина и ширина $\sim 0,15\text{мм}$ и $\sim 10\text{мкм}$, соответственно. В верхней части трещины наблюдаются участки неразрушенной эмали, а в полоске вблизи вершины – сателлитные трещины. Видно, что перед магистральной трещиной происходит утонение материала. Наблюдения показали, что количество трещин в эмали, намного больше, чем в дентине. Большинство трещин растущих в эмали по направлению от ее внешней границе к внутренней, останавливаются на ДЭС. СЭМ исследование показало, что трещины, растущие по ДЭС, могут прорасти в эмаль, но они никогда не распространяются в дентин (рисунок 11). Исходя из подобия механизмов роста трещин в дентине и эмали, можно сделать вывод, что в дентине рост трещин подавляется более эффективно, чем в эмали.

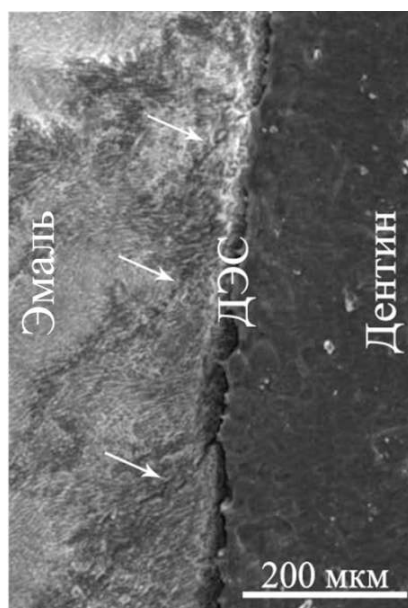


Рисунок 11. От трещины, растущей вдоль ДЭС, в эмаль проникают трещины, отмечены белыми стрелочками.

6. МЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ

В этой части диссертационной работы обсуждаются механизмы ответственные за такие уникальные свойства этих твердых тканей, а также проводится сравнение с результатами, полученными предыдущими исследователями.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ВЫВОДЫ

1. Дентин, является высоко упругой и одновременно пластичной прочной твердой тканью. С уменьшением отношения "диагональ-высота" упругость, пластичность и прочность снижаются, а при увеличении увеличиваются. При постоянном отношении, разница в линейных размерах образцов не сказывается на их механических свойствах.

2. Эмаль, способна выдерживать значительную упругую деформацию, но более низкую пластическую деформацию при сопоставимой с дентином прочности.

3. Рост магистральной трещины в дентине и эмали происходит за счет слияния с порообразными трещинами, зарождающимися в пластической зоне перед вершиной, в которой наблюдается интенсивная пластическая деформация.

На основании проведенного обсуждения можно заключить, что *человеческий дентин является высокоупругой и, одновременно, прочной пластичной твердой тканью, способной эффективно подавлять рост трещин за счет того, что основными механизмами релаксации упругой энергии в нем являются упругая и пластическая деформация. Эмаль близка к дентину по прочности и величине упругой деформации, но значительно уступает ему по пластичности.*

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в ведущих рецензируемых журналах, определенных ВАК РФ:

1. **Зайцев Д.В.**, Бузова Е.В., Панфилов П.Е. Прочностные свойства дентина и эмали// Вестник ТГУ 2010, том. 15, вып. 3, С. 1198-1202.
2. **Zaytsev D.**, Grigoriev S., Panfilov. Deformation behavior of root dentin under Sjogren's syndrome// Materials Letters -2011, vol. 65, pp. 2435-2438;
3. **Зайцев Д.В.**, Григорьев С.С., Антонова О.В., Панфилов П.Е. Деформация и разрушение человеческого дентина//Деформация и разрушение материалов - 2011, том 6, С. 37-44.

Другие публикации:

1. **Зайцев Д.В.**, Григорьев С.С., Панфилов П.Е. Особенности разрушения человеческого дентина// Механика микронеоднородных материалов и разрушение: в Материалах V Российской конференции. – Екатеринбург. – 2008 (Электронный ресурс) статья № 47-28-02-08.
2. **Зайцев Д.В.**, Григорьев С.С., Панфилов П.Е. Пластическая зона перед вершиной трещины в твердых тканях зубов// В Тезисах докладов IX Молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния. – Екатеринбург. - 2008, с. 128.
3. **Зайцев Д.В.**, Бузова Е.В., Ронь Г.И. Панфилов П.Е. Механическое поведение человеческого дентина в условиях одноосного сжатия// Ресурс и диагностика материалов и конструкций: в Материалах IV Российской научно-технической конференции. – Екатеринбург. -2009, (Электронный ресурс) статья №. 50-02-04-09.
4. Панфилов П.Е., Григорьев С.С., **Зайцев Д.В.** О возможности использования корней патологических зубов для установки штифтов при протезировании// Ресурс и диагностика материалов и конструкций: в Материалах IV Российской научно-технической конференции. – Екатеринбург. -2009. (Электронный ресурс) статья №. 5-02-04-09

5. **Зайцев Д.В.**, Григорьев С.С. Панфилов П.Е. Разрушение твердых тканей человеческих зубов// Физика прочности и пластичности материалов: в Сборнике трудов XVII Международной конференции. – Самара. -2009. с. 82-87.
6. **Зайцев Д.В.**, Ахидова Е.А., Григорьев С.С., Панфилов П.Е. Металлографическое исследование человеческого дентина при синдроме Шегрена// Физика прочности и пластичности материалов: в Сборнике трудов XVII Международной конференции. – Самара. -2009. с. 88-90.
7. **Зайцев Д.В.**, Самылова Е.В., Григорьев С.С. Панфилов П.Е. Механизмы релаксации механических напряжений твердых тканях зубов// в Сборнике тезисов докладов X Всероссийской молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния – Екатеринбург. -2009. с. 175.
8. Panfilov P., **Zaitsev D.**, Akhidova E., Grigoriev S. Accommodation of Stress in Human Dentin and Enamel: Crack Growth vs Elastic Deformation// in Delegate Manual of Third International Conference on Mechanics of Biomaterials and Tissues. - Florida, USA. -2009. O75.
9. Buzova E., **Zaitsev D.**, Ron G. I., Panfilov P. Deformation Behavior of Human Dentin under Uniaxial Compression// in Delegate Manual of Third International Conference on Mechanics of Biomaterials and Tissues. - Florida, USA. -2009. P03.01.
10. Grigoriev S., **Zaitsev D.**, Panfilov P., Morphology of human dentin under Sjögren's syndrome// in Delegate Manual of Third International Conference on Mechanics of Biomaterials and Tissues. - Florida, USA. -2009.P13.02.
11. **Зайцев Д.В.**, Самылова Е.В., Григорьев С.С., Панфилов П.Е. Влияния минерализации на прочностные свойства дентина при синдроме Шегрена// Термодинамика и материаловедение: в Сборнике тезисов докладов 7го семинара СО РАН – УрО РАН – Новосибирск. – 2010. с. 44.
12. Панфилов П.Е., **Зайцев Д.В.**, Григорьев С.С. Механизмы релаксации напряжений в твердых тканях зубов// Механика неоднородных материалов и разрушение: в Сборнике тезисов докладов VI Всероссийской конференции – Екатеринбург. -2010. с. 111.
13. **Зайцев Д.В.**, Бузова Е.В., Панфилов П.Е., Прочностные свойства дентина и

эмали// Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений: Труды участников V Международной конференции - Тамбов. -2010.Вестник ТГУ. том. 15, вып. 3, с. 925.

14. **Zaitsev D.**, Grigoriev S. and Panfilov P. Relationship between morphology and deformation of pathological tooth hard tissues// in Abstract booklet of the 6th International Conference on Materials Structure and Micromechanics of Fracture. - Brno, Czech Republic. -2010. p. 193.
15. **Зайцев Д.В.**, Григорьев С.С., Панфилов П.Е., Развитие трещин в твердых тканях зубов// Прочность и разрушение материалов и конструкций: в Сборнике материалов VI Международной конференции. – Оренбург. -2010. с. 624.
16. **Зайцев Д.В.**, Бузова Е.В., Панфилов П.Е. Причины высокой упругости одновременно с пластичностью в человеческом дентине// в Сборнике тезисов докладов XI Всероссийской молодежной школы-семинара по проблемам физики конденсированного состояния. – Екатеринбург. – 2010. с. 151.
17. **Зайцев Д.В.**, Ахидова Е.А., Бузова Е.В., Панфилов П.Е. Механизмы разрушения твердых тканей зубов// Ресурс и диагностика материалов и конструкций: в Сборнике тезисов докладов V Российской научно-технической конференции – Екатеринбург. -2011. с. 186.
18. **Зайцев Д.В.**, Григорьев С.С., Панфилов П.Е. Деформация дентина и эмали при сжатии // Ресурс и диагностика материалов и конструкций: в Сборнике тезисов докладов V Российской научно-технической конференции – Екатеринбург. - 2011. с. 71.

Подписано в печать . Формат 60х84 1/16
Гарнитура «Times». Усл. печ. л. 1,63
Тираж 100 экз. Заказ № _____

Отпечатано в типографии ИПЦ «Издательство УрГУ»
620000, Екатеринбург, ул. Тургенева, 4